

BEST AVAILABLE COPY

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-011547

(43)Date of publication of application : 16.01.2001

(51)Int.Cl.

C22B 13/00

C22B 3/04

C22B 61/00

(21)Application number : 11-178452

(71)Applicant : NIPPON MINING &amp; METALS CO LTD

(22)Date of filing : 24.06.1999

(72)Inventor : ISHII TOSHIFUMI

## (54) METHOD FOR SEPARATING TELLURIUM AND LEAD

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily separate tellurium and lead by leaching a dry-wet treated intermediate of the raw material contg. Te, Pb, or the like, preferably of copper electrolyzed slime with caustic soda.

SOLUTION: As to the conditions of alkali leaching, preferably, the concn. of sodium carbonate is controlled to 120 to 200 g/L, the concn. of pulp to 30 to 100 g/L, the liq. temp. to 50 to 70° C, and the reaction time to 1 to 6 hr. When a hardly soluble silver compd. obtd. by subjecting anode slime to wet treatment is leached with ammonia, or the like, silver is leached, and the other components are concentrated into the residue. When this residue is subjected to strong alkali treatment with caustic soda, or the like, Te is leached, but, simultaneously, Pb is leached as well and is made into impurities, and the refining of Te is made moreover complicated. When the leached residue such as ammonia is leached with a carbonate represented by sodium carbonate, Te is leached, but, Pb is made into PbCO<sub>3</sub> and is not leached. By neutralizing this Te leach liq. with sulfuric acid, coarse TeO<sub>2</sub> as white crystals is obtd., which is moreover refined to obtain a product Te.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-11547

(P2001-11547A)

(43) 公開日 平成13年1月16日 (2001.1.16)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード(参考)
C 2 2 B 13/00		C 2 2 B 13/04	4 K 0 0 1
3/04		61/00	
61/00		3/00	A

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平11-178452	(71) 出願人	397027134 日鉱金属株式会社 東京都港区虎ノ門二丁目10番1号
(22) 出願日	平成11年6月24日 (1999. 6. 24)	(72) 発明者	石井 敏文 茨城県日立市白銀町1-1-2 日鉱金属 株式会社技術開発センター内 Fターム(参考) 4K001 AA20 AA26 BA17 DB08

(54) 【発明の名称】 テルルと鉛の分離法

(57) 【要約】

【課題】 銅電解精製工程より産出するアノードスライムから回収される有価物であるT eとP bの効率的分離回収方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 テルル、鉛等を含む原料を炭酸ソーダで浸出することにより、テルルと鉛を分離することを特徴とするテルルと鉛の分離方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】テルル、鉛等を含む原料を炭酸ソーダで浸出することにより、テルルと鉛を分離することを特徴とするテルルと鉛の分離方法。

【請求項2】テルル、鉛等を含む原料が、銅電解スライムの乾式及び湿式処理中間物であることを特徴とする請求項1に記載のテルルと鉛の分離方法。

【請求項3】アルカリ浸出の条件が炭酸ソーダ濃度120～200g/L、パルプ濃度30～100g/L、液温50～70℃、反応時間1～6hrであることを特徴とする請求項1に記載のテルルと鉛の分離方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、銅電解精製工程より産出するアノードスライムから回収される有価物の分離回収方法に関するものであり、更に詳しく述べると有価物であるテルルを他の不純物と分離する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】テルルは、銅やニッケルの電解精製で発生するアノードスライムから回収精製されている。これらの方法を大きく分けると乾式法と湿式法が挙げられ、これらの方法によりTe原料が得られる。乾式法によりアノードスライムからテルルを回収する方法としてソーダバイ焼法、加圧浸出法等が挙げられる。現在広く用いられている方法は、ソーダバイ焼法である。この方法はアノードスライムを乾式処理し、テルルをソーダカラミ中に固定する。このソーダカラミがTe原料となり、粉碎、浸出、硫酸中和の各工程を経て粗TeO<sub>2</sub>として回収されている。

【0003】銅電解スライムの乾式処理は鉛を使用するため作業環境上好ましくない。そこで乾式処理を行わない全湿式による有価物回収法開発が望まれている。

【0004】一方、銅電解スライムから全湿式法で得られる中間物として難溶性銀化合物を含むものが考えられる。この難溶性銀化合物の形態は塩化銀に代表される。この難溶性銀化合物からの銀除去方法として例えばチオシアン酸塩溶液浸出、チオ硫酸塩溶液浸出、アンモニア溶液浸出等が考えられる。これらの浸出操作を行った場合、主に銀が浸出され、テルルや鉛は浸出残さに濃縮される。この浸出残さが湿式法のTe原料となる。

【0005】これらTe原料からテルルを回収するために苛性ソーダに代表される強アルカリで浸出を行うと、テルルは浸出されるがそれと同時に鉛も浸出されるという問題がある。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】上記の問題点を解消するテルルと鉛の分離方法を提供するものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、アノード

スライムからの有価物回収方法の種々の検討を重ねた結果、テルルの分離回収方法として、

(1)テルル、鉛等を含む原料を炭酸ソーダで浸出することにより、テルルと鉛を分離することを特徴とするテルルと鉛の分離方法。

(2)テルル、鉛等を含む原料が、銅電解スライムの乾式及び湿式処理中間物であることを特徴とする上記

(1)記載のテルルと鉛の分離方法。

(3)アルカリ浸出の条件が炭酸ソーダ濃度120～200g/L、パルプ濃度30～100g/L、液温50～70℃、反応時間1～6hrであることを特徴とする上記(1)に記載のテルルと鉛の分離方法。を見出した。

【作用】以下本発明の構成を詳しく説明する。構成は銅電解スライムの湿式処理で得られる難溶性銀化合物をアンモニア溶液で浸出した後、得られた浸出残さをTe原料とした場合について記載しているが、本発明は、このTe原料に限定されるものではない。

【0008】アノードスライムは銅電解工程から産出するものであって、その組成は一般的にCu23～29%、Pb2～8%、Au10～20kg/t、Ag120～220kg/tである。その他の不純物としてSn、Teが挙げられる。

【0009】このアノードスライムからの有価物回収において、種々の湿式処理を行うことにより銀は濃縮され塩化銀に代表されるような難溶性銀化合物となる。この難溶性銀化合物の代表的な組成はCu0.1～0.7%、Pb5～15%、Au0.1～0.4%、Ag25～45%、Sn2～8%、Te1～6%である。

【0010】この難溶性銀化合物をアンモニア等で浸出することによりAgが分離される。このアンモニア等による浸出残さには鉛、テルル、錫等が含まれている。

【0011】本発明者らは、アンモニア等の浸出残さからのテルルと不純物の分離の種々の検討を行った結果、炭酸ソーダによる浸出により、テルルのみの浸出が可能との知見を得た。

【0012】アノードスライムの湿式処理により得られる難溶性銀化合物をアンモニア等で浸出すると銀が浸出され、その他の成分は残さに濃縮される。この残さを苛性ソーダに代表される強アルカリで浸出することによりテルルが浸出される。しかしながら、苛性ソーダによる浸出ではテルルの浸出と同時に鉛も浸出されてしまう。この鉛はテルル回収における不純物となるため、テルルと挙動を同じくすることは好ましくない。苛性ソーダ浸出でテルルと同時に鉛が浸出された場合、硫化法での鉛除去(テルルと鉛の分離)は可能であるが、工程が複雑になること、また使用する薬剤が高価なことから好ましくない。

【0013】そこで、アンモニア等浸出残さを炭酸ソーダに代表される炭酸塩で浸出した。炭酸ソーダによりテ

ルルは浸出されるが、鉛は $PbCO_3$ となり浸出されないと考えられる。炭酸ソーダの濃度は、表2に示すように120～200 g/Lである。120 g/Lより少ないとPbとTeの分離が悪く好ましくない。また200 g/Lより多いと効果が上がらず経済的にも好ましくない。

【0014】表3に示すようにパルプ濃度は、30～100 g/Lが好ましい。30 g/Lより少なくては、処理効率が悪く、100 g/Lより多くては、Teの浸出率が低下するため好ましくない。

【0015】表4に示すように液温に関しては、50℃～70℃が好ましい。50℃より低い温度では、Teの浸出率が悪く好ましくない。70℃より高い場合はPbの浸出率が上がり、Teの浸出率が上昇しないため好ましくない。

【0016】反応時間は、表5に示すように1～6時間が好ましい。1時間より少ないとPbとTeの分離が効率よく行われない。6時間より長ければ経済的に望ましくない。

【0017】前記処理により得られるテルル浸出液からのテルル回収は、公知の方法で可能である。すなわちテルル浸出液を硫酸で中和することにより、粗 $TeO_2$ （白色結晶）が得られる。この粗 $TeO_2$ は公知の方法で精製され製品テルルとなる。

【0018】以上説明したように、アノードスライムの湿式処理により得られる難溶性銀化合物をアンモニア浸出後、浸出残さに対して更に炭酸ソーダ浸出を行うことにより、テルルと鉛の簡便な分離方法を確認した。また乾式法で得られるTe原料（ソーダカラミ）中のPb含有量が高い場合にも、テルルと鉛を簡便に分離できる。すなわち、ソーダカラミを浸出する際、炭酸ソーダで浸出することにより、鉛を $PbCO_3$ として固定しテルルとの分離が可能である。

#### 【実施例】

浸出率比較

	Ag	Pb	Te	Cu
実施例	4.4	7.0	93.1	0.8
比較例	0.0	76.5	93.8	62.6

単位：%

【0024】アルカリ浸出の条件は、炭酸ソーダ濃度120～200 g/L、パルプ濃度30～100 g/L、液温50～70℃、反応時間1～6 hrが好ましい。

【0025】炭酸ソーダ濃度が120 g/Lより低くな

炭酸ソーダ濃度と各成分浸出率

炭酸ソーダ濃度 g/L	Ag	Pb	Te	Cu
40	1.0	1.3	16.9	0.0
80	0.4	1.0	20.9	0.0
120	3.8	2.4	91.2	0.3
160	4.4	7.0	93.1	0.8
200	4.0	6.4	92.8	0.7
250	4.2	6.7	93.7	0.8

単位：%

【0026】パルプ濃度に関しては、表3に示すように

【0019】以下本発明の実施例を説明する。本発明により、テルル回収の想定フローは図1のようになる。実施例は銅電解スライムの湿式処理で得られる難溶性銀化合物をアンモニア溶液で浸出した後、得られた浸出残さをTe原料とした場合について記載しているが、本発明は、このTe原料に限定されるものではない。

【0020】銅電解工程で発生したアノードスライムを湿式処理して得られた難溶性銀化合物は、例えば、AgClで表されるようなものを指す。この難溶性銀化合物80 g（乾量）をアンモニア100 g/L溶液3 Lに常温（20℃）で1時間リバルブした後、ろ過して得られたろ液は2.9 Lであった。このときの残さ組成は、Ag 1.66%、Pb 2.4%、Te 2.1%であった。

【0021】アンモニア浸出残さ26.7 g（乾量）を炭酸ソーダ160 g/L溶液0.534 Lにリバルブし60℃、5 hr 攪拌放置した。反応終了後ろ過して得られた残さは24.8 gであり、その品位はAg 2.4%、Pb 2.7%、Te 0.9%、Cu 0.03%であった。またろ液は0.54 L得られ、その組成はPb 0.8 g/L、Te 2.61 g/L、Cu < 0.01 g/Lであった。

【0022】実施例とアンモニア浸出操作まで同一で、アンモニア浸出残さ50.5 g（乾量）を苛性ソーダ100 g/L溶液0.561 Lにリバルブし、80℃、5 hr 攪拌放置した。このとき空気を液1 Lに対して0.4 L/minの速度で吹き込んだ。反応終了後ろ過して得られた残さは30 gであり、不純物品位はPb 7.0%、Te 0.44%、Cu 0.23%であった。ろ液は0.58 L得られその液組成はPb 12.87 g/L、Te 5.7 g/L、Cu 0.05 g/Lであった。

【0023】実施例と比較例の各成分浸出率を表1に示す。

【表1】

ると表2に示すようにテルル浸出率が低下する。200 g/Lより高くした場合であっても効果が上昇しない。

【表2】

30～100 g/Lが望ましい。30 g/Lより少なく

ては、処理効率が悪く、100g/Lより多くては、T 【表3】  
eの浸出率が低下するため好ましくない。

バルブ濃度と各成分浸出率

バルブ濃度 g/L	Ag	Pb	Te	Cu
10	4.9	7.3	94.7	0.4
30	4.1	6.9	94.1	0.3
50	4.4	7.0	93.1	0.8
100	3.4	5.8	91.1	0.8
150	3.8	3.9	84.3	0.2

単位：%

【0027】液温が50℃より低くなると表4に示すよ 10 合であっても、その効果がでない。  
うにテルルの浸出率が低下する。70℃より高出した場 【表4】

液温と各成分浸出率

液温℃	Ag	Pb	Te	Cu
20	0.0	2.6	27.0	0.0
40	0.0	2.4	49.5	0.0
50	2.0	4.8	87.0	0.1
60	4.4	7.0	93.1	0.8
70	4.8	8.1	92.8	0.6
80	3.9	7.3	91.8	0.6

単位：%

【0028】反応時間は表5に示すように1～6時間が 済的にも好ましくない。  
好適である。1時間より短い場合は、T eの浸出率が良 20 【表5】  
くない。6時間より長い場合は、効果がないばかりか経

反応時間と各成分浸出率

反応時間 hr	Ag	Pb	Te	Cu
0.5	0.1	4.8	82.1	0.0
1	0.3	5.6	92.7	0.0
3	0.1	5.2	91.2	0.0
5	4.4	7.0	93.1	0.8
6	3.9	5.9	95.0	0.4
7	4.1	6.0	92.3	0.5

単位：%

【0029】

【図面の簡単な説明】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によりTeと  
Pbの分離が簡便に可能となった。

【図1】本発明と比較発明のフローシート例を示す。

【図1】

